PCT

WELTORGANISATION FÜR GEISTIGES EIGENTUM Internationales Büro

INTERNATIONALE ANMELDUNG VERÖFFENTLICHT NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES PATENTWESENS (PCT)

(51) Internationale Patentklassifikation 7:

B01D 3/40, 3/36

A1

(11) Internationale Veröffentlichungsnummer: WO 00/25881

(43) Internationales
Veröffentlichungsdatum: 11. Mai 2000 (11.05.00)

(21) Internationales Aktenzeichen:

PCT/EP99/07285

(22) Internationales Anmeldedatum: 1. Oktober 1999 (01.10.99)

(30) Prioritätsdaten:

198 49 651.6

29. Oktober 1998 (29.10.98) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten ausser US): KRUPP UHDE GMBH [DE/DE]; Friedrich-Uhde-Strasse 15, D-44141 Dortmund (DE).

(72) Erfinder; und

- (75) Erfinder/Anmelder (nur für US): EMMRICH, Gerd [DE/DE]; Kamperfeld 21, D-45133 Essen (DE). KOLBE, Bärbel [DE/DE]; Albertstrasse 14, D-58452 Witten (DE). GEHRKE, Helmut [DE/DE]; Helmstrasse 22, D-45131 Essen (DE). ENNENBACH, Frank [DE/DE]; Windmühlenstrasse 39, D-45147 Essen (DE). RANKE, Uwe [DE/DE]; Dreilindenstrasse 73, D-45128 Essen (DE).
- (74) Anwalt: ALBRECHT, Rainer; Andrejewski, Honke & Sozien, Postfach 10 02 54, D-45002 Essen (DE).

(81) Bestimmungsstaaten: AE, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, CA, CH, CN, CU, CZ, DK, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MD, MG, MK, MN, MW, MX, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW, ARIPO Patent (GH, GM, KE, LS, MW, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE), OAPI Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht

Mit internationalem Recherchenbericht.

(54) Title: RECTIFYING COLUMN FOR EXTRACTIVE DISTILLATION OF CLOSE-BOILING OR AZEOTROPIC BOILING MIXTURES

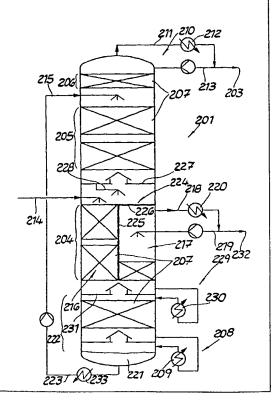
(54) Bezeichnung: REKTIFIZIERKOLONNE FÜR DIE EXTRAKTIVDESTILLATION VON ENG- ODER AZEOTROP SIEDENDEN GEMISCHEN

(57) Abstract

The invention relates to a rectifying column for extractive distillation, comprising a column main section (204) and a raffinate section (205) above said main section, an evaporator (208) situated on the lower end of the column, an inlet (214) disposed between the main section of the column and the raffinate section and a solvent inlet (215) arranged on the top side of the raffinate section (205) for feeding an extracting agent. According to the invention, the main section (204) has two chambers (216, 217) connected in parallel. A stripping section (222) is disposed between the bottom of the column (221) and the main section (204), in which concentration of the extracting agent occurs from the top down. The bottom (221) is connected to the solvent inflow (215) by a device (223) for recycling the extracting agent.

(57) Zusammenfassung

Gegenstand der Erfindung ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation mit einem Kolonnenhauptabschnitt (204) und einer Raffinatsektion (205) oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes, einer Verdampfungseinrichtung (208) am unteren Säulenende, mit einem Zulauf (214) zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion und mit einem Lösungsmittelzulauf (215) an der Oberseite der Raffinatsektion (205) für eine Extraktionsmittelaufgabe. Der Kolonnenhauptabschnitt (204) weist erfindungsgemäß zwei parallel geschaltete Kammern (216, 217) auf. Zwischen dem Kolonnensumpf (221) und dem Kolonnenhauptabschnitt (204) ist ein Kolonnenabtriebsteil (222) angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt. Der Kolonnensumpf (221) ist durch eine Einrichtung (223) zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf (215) verbunden.



LEDIGLICH ZUR INFORMATION

Codes zur Identifizierung von PCT-Vertragsstaaten auf den Kopfbögen der Schriften, die internationale Anmeldungen gemäss dem PCT veröffentlichen.

AL	Albanien	ES	Spanien	LS	Lesotho	SI	Slowenien
AM	Armenien	FI	Finnland	LT	Litauen	SK	Slowakei
ΑT	Österreich	FR	Frankreich	LU	Luxemburg	SN	Senegal
ΑU	Australien	GA	Gabun	LV	Lettland	SZ	Swasiland
AZ	Aserbaidschan	GB	Vereinigtes Königreich	MC	Monaco	TD	Tschad
BA	Bosnien-Herzegowina	GE	Georgien	MD	Republik Moldau	TG	Togo
BB	Barbados	GH	Ghana	MG	Madagaskar	TJ	Tadschikistan
BE	Belgien	GN	Guinea	MK	Die ehemalige jugoslawische	TM	Turkmenistan
BF	Burkina Faso	GR	Griechenland		Republik Mazedonien	TR	Türkei
BG	Bulgarien	HU	Ungarn	ML	Mali	TT	Trinidad und Tobago
ВJ	Benin	IE	Irland	MN	Mongolei	UA	Ukraine
BR	Brasilien	IL	Israel	MR	Mauretanien	UG	Uganda
BY	Belarus	IS	Island	MW	Malawi	US	Vereinigte Staaten von
CA	Kanada	IT	Italien	MX	Mexiko		Amerika
CF	Zentralafrikanische Republik	JP	Japan	NE	Niger	UZ	Usbekistan
CG	Kongo	KE	Kenia	NL	Niederlande	VN	Vietnam
CH	Schweiz	KG	Kirgisistan	NO	Norwegen	YU	Jugoslawien
CI	Côte d'Ivoire	KP	Demokratische Volksrepublik	NZ	Neuseeland	zw	Zimbabwe
CM	Kamerun		Korea	PL	Polen		
CN	China	KR	Republik Korea	PT	Portugal		
CU	Kuba	KZ	Kasachstan	RO	Rumānien		
CZ	Tschechische Republik	LC	St. Lucia	RU	Russische Föderation		
DE	Deutschland	LI	Liechtenstein	SD	Sudan		
DK	Dänemark	LK	Sri Lanka	SE	Schweden		
EE	Estland	LR	Liberia	SG	Singapur		

1

Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen

- 5 Die Erfindung betrifft eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit
- einem Kolonnenhauptabschnitt und einer Raffinat-10 sektion oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,
 - einer Verdampfungseinrichtung am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer,
- einer Anordnung am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,
- einem Zulauf zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und
- einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel.

Bekannte Anlagen für die Extraktivdestillation weisen neben der beschriebenen Kolonne eine weitere Rektifizier-kolonne auf, in der das aus der ersten Kolonne abgezogene Sumpfprodukt in reines Extraktionsmittel und einen reinen Produktstrom aufgetrennt wird (ULLMANN Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 2, 4. Auflage, Seite 511; EP-B 0 216 991). Das Extraktionsmittel fällt im Sumpf der

2

zweiten Kolonne an und wird dem Lösungsmittelzulauf der ersten Kolonne wieder zugeführt. Am Kopf der zweiten Kolonne wird ein reiner Produktstrom, im folgenden auch Extrakt genannt, abgezogen. Die im Rahmen der bekannten Maßnahmen für die Rückgewinnung des Extraktionsmittels erforderliche zweite Kolonne weist einen als Auftriebsteil mit mehreren theoretischen Trennböden ausgelegten Kolonnenabschnitt oberhalb des Zulaufes, einen als Abtriebsteil ausgelegten Kolonnenschuß unterhalb des Zulaufes, eine Sumpfbeheizung sowie eine Anordnung am Kopf der Kolonne mit Produktabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Produktes auf.

Der Platzbedarf für die Aufstellung einer Anlage mit zwei Kolonnen einschließlich der dazu gehörenden Vorrohrung ist beachtlich und steht zuweilen nicht zur Verfügung, wenn sie in einer bereits vorhandenen Chemieanlage errichtet werden muß.

20

30

10

Aus DE-A-33 27 952 ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation bekannt, mit der die Trennung eines azeotropen Zweistoffgemisches in seine Einzelkomponenten möglich ist. Sie weist einen Kolonnenhauptabschnitt mit zwei parallel geschalteten Kammern auf, wobei eine Kammer oberseitig und unterseitig offen ist und als Abtriebsteil für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt werden kann. Die andere Kammer ist oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und lediglich unterseitig offen. An einem Seitenabzug dieser Kammer ist ein im wesentlichen extraktionsmittelfreies Produkt abziehbar. Der Kolonnensumpf am

3

unteren Säulenende ist ferner durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf verbunden.

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, eine Rektifizierkolonne des aus DE-A-33 27 952 bekannten Aufbaus so weiter auszubilden, daß beide Kammern mit den für die Trennaufgaben erforderlichen Strippdampfmengen beaufschlagbar sind und das Extraktionsmittel mit hoher Reinheit aus dem Kolonnensumpf zum Lösungsmittelzulauf zurückgeführt werden kann.

Gegenstand der Erfindung und Lösung dieser Aufgabe ist eine Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit

einem Kolonnenhauptabschnitt, der zwei parallel geschaltete Kammern aufweist,

einer Raffinatsektion oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,

einer Verdampfungseinrichtung am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer,

einer Anordnung am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug, Kondensator und einer Einrichtung für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,

30

25

4

einem Zulauf zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt und der Raffinatsektion für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und

5 einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel,

wobei eine Kammer des Kolonnenhauptabschnittes oberseitig und unterseitig offen ist, Einbauten zur Verbesserung des Stoffaustausches enthält und als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt ist, wobei die andere Kammer oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und unterseitig offen ist, Einbauten zur Förderung des Stoffaustausches enthält und in einem Raum oberhalb der Einbauten Einrichtungen für den dampfförmigen Abzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Produktes sowie für den Rückfluß eines verflüssigten Produktteilstromes aufweist, und wobei der Kolonnensumpf am unteren Säulenende durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf verbunden ist und wobei erfindungsgemäß ferner folgende Merkmale verwirklicht sind:

25 - Zwischen dem Kolonnensumpf und dem Kolonnenhauptabschnitt ist ein Kolonnenabtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt;

10

15

5

unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes ist ein gasdurchlässiger Fangboden angeordnet, dessen Flüssigkeitsablauf an einen Durchlauferhitzer zur Beheizung der aus den beiden Kammern des Kolonnenhauptabschnittes ablaufenden Flüssigkeit angeschlossen ist;

das aus dem Durchlauferhitzer austretende erhitzte Gemisch ist unterhalb des Fangbodens dem Abtriebsteil der Kolonne zuführbar.

10

5

Gemäß einer bevorzugten Ausführung der Erfindung erfolgt die Beheizung des Durchlauferhitzers im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf abgezogenen Extraktionsmittelstrom.

15

20

30

erfindungsgemäße Lehre reduziert die Extraktivdestillationsanlage auf eine einzige Kolonne, in der Kolonnenabschnitte für die Rückgewinnung des Extraktionsmittels sowie für die Anreichung des Extraktes integriert sind. Das Extraktionsmittel wird oberhalb der Raffinatsektion aufgegeben. Ein Teil der Komponenten des Ausgangsgemisches geht bevorzugt als Extrakt in Lösung und wird von dem Extraktmittelstrom in der Raffinatsektion ausgewaschen. Der andere Teil des Ausgangsgemisches geht dampfförmig als Raffinat zum Kolonnenkopf. In der oberseitig und unterseitig offenen Kammer des Kolonnenhauptabschnittes wird der gelöste Raffinatanteil durch Dampfstrippung abgereichert. An der Unterseite dieser Kammer tritt ein Gemisch aus, welches im wesentlichen aus dem Extraktionsmittel und dem darin gelösten Extrakt besteht und zumeist nur noch Spuren des gelösten Raffinats enthält. In dem darunter angeordneten Kolonnenabtriebsteil

6

wird das Extrakt aus dem Extraktionsmittel durch Dampfstrippung abgetrieben. Ein Teilstrom der in der Kolonne aufsteigenden Dämpfe tritt in die unterseitig und oberseitig offene Kammer des Kolonnenhauptabschnittes ein und strippt hier das Raffinat. Ein anderer Teilstrom tritt in zweite, oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossene Kammer des Kolonnenhauptabschnittes ein. In dieser Kammer, im folgenden auch Produktsektion genannt, wird das Extraktionsmittel, welches entsprechend dem Lösungsmittelpartialdruck zusammen mit den Produktdämpfen aufsteigt, durch Produktrückfluß abgereichert und mit dem Produktrückfluß in den Kolonnenabtriebsteil geführt. Im Sumpf der Kolonne fällt das Extraktionsmittel im wesentlichen in reiner Form an. Es wird gekühlt und dem Lösungsmittelzulauf oberhalb der Raffinatsektion wieder zugeführt.

10

15

20

25

30

Im Rahmen der Erfindung liegt es, daß der Kolonnenhauptabschnitt aus zwei selbständigen, im wesentlichen nebeneinander angeordneten Kolonnenschüssen besteht, die an durch einen Verteiler an ihrem unteren Ende Kolonnenabtriebsteil angeschlossen sind. Vorzugsweise ist jedoch als zylindrischer Kolonnenhauptabschnitt Kolonnenschuß ausgebildet, der zwischen einem die Raffinatsektion bildenden Kolonnenabschnitt und dem Kolonnenabtriebsteil eingebaut ist und einen Einsatz enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer bildet. Der Einsatz kann zylindrisch ausgebildet und mittig angeordnet sein. Konstruktiv einfacher und bevorzugt ist jedoch eine Lösung, bei der der Einsatz aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand sowie einer

7

deckung, die an die Trennwand und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist, besteht. Die Trennwand teilt den Querschnitte des Kolonnenschusses in zwei Sektionen. Die Aufteilung der Sektionen richtet sich nach der erforderlichen Aufteilung des aufsteigenden Dampfes auf die beiden Kammern.

Zwischen der Raffinatsektion und dem Kolonnenhauptabschnitt ist zweckmäßig ein gasdurchlässiger Fangboden für Flüssigkeit vorgesehen, wobei an den Fangboden ein Flüssigkeitsverteiler angeschlossen ist, der die ablaufende Flüssigkeit auf die Einbauten der oberseitig offenen Kammer des Kolonnenhauptabschnittes aufgibt.

Die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne kann oberhalb der Raffinatzone einen Kolonnenabschnitt zur Raffinatreinigung aufweisen, der sich von dem Lösungsmittelzulauf bis zum Kopf der Kolonne erstreckt und üblicherweise mehrere theoretische Trennstufen aufweist.

20

25

Die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne ermöglicht eine Extraktivdestillation auf engem Raum. Dies ist z.B. vorteilhaft, wenn in einer bestehenden Chemieanlage unter beengten Platzverhältnissen eine zusätzliche Extraktivdestillationsanlage zur Erweiterung der Produktionskapazitäten errichtet werden muß. Überraschenderweise wurde festgestellt, daß die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne nicht nur einen wesentlich geringeren Platzbedarf erfordert als eine nach dem Stand der Technik ausgebildete Anlage mit zwei Kolonnen, sondern auch der Energiebedarf bei gleicher Durchsatzkapazität, Produktreinheit und

8

Produktausbeute deutlich sinkt. Dies wird anhand der nachfolgenden Ausführungsbeispiele deutlich.

Im folgenden wird die Erfindung anhand einer lediglich ein Ausführungsbeispiel darstellenden Zeichnung erläutert. Es zeigen

- Fig. 1 zunächst ein Anlagenschema nach dem Stand der Technik für die Extraktivdestillation von engsiedenden oder azeotrop siedenden Gemischen,
 - Fig. 2 eine erfindungsgemäße Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation,
- 15 Fig. 3 eine weitere Ausgestaltung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne.

20

25

30

Eine Anlage nach dem Stand der Technik für die Extraktivdestillation von engsiedenden oder azeotrop siedenden
Gemischen besteht aus zwei miteinander verschalteten
Kolonnen 101, 102 (Fig. 1). Die erste Kolonne 101, in der
ein Kopfprodukt 103 in reiner Form abgetrennt wird, weist
von unten nach oben einen Kolonnenhauptabschnitt 104,
eine Raffinatsektion 105 sowie einen Kolonnenabschnitt
106 für die Raffinatreinigung auf. Die Kolonnenabschnitt
enthalten Einbauten 107 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase, z.B. in Form
von Strukturpackungen. Die Einbauten 107 bilden jeweils
mehrere theoretische Trennstufen. Am unteren Säulenende
ist eine Verdampfungseinrichtung 108 mit im Ausführungsbeispiel zwei übereinander angeordneten Durchlaufverdampfern 109 vorgesehen. Der Kolonnenkopf weist eine

9

Anordnung 110 mit Raffinatabzug 111, Kondensator 112 sowie eine Einrichtung 113 für eine Teilrückführung des im Kondensator 112 verflüssigten Raffinats auf.

Ein zu trennendes Kohlenwasserstoffgemisch, Gemisch aus Aromaten/Nichtaromaten, Olefinen/Paraffinen oder Olefinen/Paraffinen/Diolefinen, wird über zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt 104 und der Raffinatsektion 105 angeordneten Zulauf 114 der Kolonne zugeführt. Ein Extraktionsmittel, z.B. ein polares Lösungsmittel zur Trennung von Kohlenwasserstoffgemischen, wird über einen Lösungsmittelzulauf 115 an der Oberseite der Raffinatsektion 105 aufgegeben. Am Kopf der Kolonne wird aromatenbzw. olefin/diolefinarmes Kopfprodukt (Raffinat) dampfförmig abgezogen, in dem Kondensator 112 15 mit Wasser kondensiert und heruntergekühlt. Ein Teil des Kondensats wird zurück auf die Kolonne 101 gegeben und dient dort zur Rückwaschung von Spuren des Extraktionsmittels, welches gemäß seinem Partialdruck die Kolonne 101 mit dem Raffinat verläßt. Die Dämpfe, welche sowohl 20 zur Verdampfung des Raffinats als auch Strippung der Unterteil der Kolonne benötigt Verunreinigungen im werden, werden mittels der elektrisch beheizten Verdampfer 109 erzeugt. Im Sumpf der Kolonne 101 fällt ein Gemisch an, welches im wesentlichen aus dem Extraktions-25 mittel und Aromaten, Olefinen oder Diolefinen besteht. Das Sumpfgemisch wird über eine Leitung 116 in die zweite Kolonne 102, im folgenden Stripperkolonne genannt, geleitet. Die Stripperkolonne 102 weist einen Auftriebsteil 117 oberhalb des Zulaufes 116 sowie einen Abtriebsteil 30 118 unterhalb des Zulaufes 116 auf und enthält ebenfalls Einbauten 107 zur Förderung des Stoffaustausches, z.B.

10

Strukturpackungen. Die Stripperkolonne 102 ist mit einer Sumpfbeheizung 119 ausgerüstet und weist eine kopfseitige Anordnung 120 auf, um dampfförmiges Kopfprodukt abzuziehen, zu kondensieren und einen Teil des Kopfproduktes in die Kolonne 102 zurückzuführen. Die Sumpfbeheizung 119, die z.B. aus zwei Zwangsdurchlaufverdampfern besteht, verdampft das abzutrennende Kohlenwasserstoffprodukt und einen Teil des Extraktionsmittels. Die Dämpfe verlassen die Kolonne über eine Leitung 121, werden in einen nachgeschalteten Kondensator 122 mit Wasser kondensiert und heruntergekühlt. Ein Teil des Kondensates wird über eine Rückflußleitung 123 der Kolonne 102 wieder aufgegeben und dient dort zur Rückwaschung von Extraktionsmittelspuren. Der Rest wird über eine Leitung 124 als Reinprodukt abgegeben. Das abgetriebene Extraktionsmittel wird am Sumpf der Stripperkolonne 102 abgezogen, in einem Wärmetauscher 125 mit Wasser auf eine für die Extraktivdestillation notwendige Temperatur heruntergekühlt und über eine Extraktionsmittelrückführung 126 wieder in die erste Kolonne 101 zurückgeführt.

10

15

20

30

Die in Fig. 2 dargestellte erfindungsgemäße Rektifizier-kolonne 201 weist ebenfalls von unten nach oben einen Kolonnenhauptabschnitt 204, eine Raffinatsektion 205 sowie oberhalb der Raffinatsektion einen Kolonnenabschnitt 206 zur Raffinatreinigung auf. Die Kolonnenabschnitte 204, 205, 206 enthalten Einbauten 207 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase, z.B. Strukturpackungen. Am unteren Säulenende ist eine Verdampfungseinrichtung 208 mit mindestens einem Verdampfer 209 vorgesehen. Am Kopf der Kolonne erkennt man eine Anordnung 210 mit Raffinatabzug 211,

PCT/EP99/07285 WO 00/25881

11

Kondensator 212 sowie eine Einrichtung 213 für eine Teilrückführung des im Kondensator 212 verflüssigten Raffinats. Das zu trennende Stoffgemisch, z.B. ein Aromaten/Nichtaromatengemisch, Olefin/Paraffingemisch Olefin/Paraffin/Diolefingemisch, wird über eine Zulauf zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt 204 und der Raffinatsektion 205 aufgegeben. Die Zugabe von Extraktionsmittel erfolgt durch einen Lösungsmittelzulauf 215 der Oberseite der Raffinatsektion 205. Insoweit entspricht der Aufbau der Rektifizierkolonne 201 dem Stand der Technik.

10

15

Erfindungsgemäß weist der Kolonnenhauptabschnitt 204 zwei parallel geschaltete Kammern 216, 217 auf. Eine Kammer 216 ist oberseitig und unterseitig offen, enthält Einbauten 207 zur Verbesserung des Stoffaustausches zwischen Dampf- und Flüssigphase und ist als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt. Die andere Kammer 217 ist oberseitig geschlossen 20 und unterseitig offen. Sie enthält ebenfalls Einbauten 207 zur Förderung des Stoffaustausches zwischen Dampfund Flüssigphase. In einem Raum oberhalb der Einbauten 207 sind Einrichtungen für den dampfförmigen Produktabzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Extraktes sowie den Rückfluß eines in einem Kondensator 220 verflüssigten Produktteilstromes vorgesehen. Erfindungsgemäß ferner zwischen dem Kolonnensumpf 221 und Kolonnenhauptabschnitt 204 ein Kolonnenabtriebsteil 222 angeordnet, in dem von oben nach unten eine Aufkon-30 zentrierung des Extraktionsmittels erfolgt. Der Kolonnenabtriebsteil 222 enthält Einbauten 207, die mehrere

12

theoretische Trennstufen bilden. Der Kolonnensumpf 221 ist durch eine Einrichtung zur Extraktionsmittelrückführung 223 mit dem Lösungsmittelzulauf 215 verbunden.

Kolonnenhauptabschnitt 204 ist als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet, der zwischen einem die Raffibildenden Kolonnenabschnitt natsektion 205 Kolonnenabtriebsteil 222 eingebaut ist und einen Einsatz 224 enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer 217 bildet. Der Einsatz 224 besteht im Ausführungsbeispiel 10 aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand 225 sowie einer Abdeckung 226, die an die Trennwand 225 und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist. Oberhalb des Kolonnenhaupt-15 abschnittes 204 ist ein gasdurchlässiger Fangboden 227 für Flüssigkeit angeordnet. Die auf dem Fangboden 227 sich sammelnde Flüssigkeit wird über einen Flüssigkeitsverteiler 228 auf die Einbauten 207 der oberseitig offen Kammer 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 aufgegeben, und zwar zusammen mit dem Ausgangsgemisch, welches über den Zulauf 214 zugeführt wird.

Zwischen dem Kolonnenabtriebsteil 222 und dem Kolonnenhauptabschnitt 204 ist eine Einrichtung 229 zur Beheizung der aus den beiden Kammern 216, 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204 ablaufenden Flüssigkeit angeordnet. Sie weist einen Durchlauferhitzer 230 auf. Unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes 204 ist ein gasdurchlässiger Fangboden 231 mit einem an den Durchlauferhitzer 230 angeschlossenen Flüssigkeitsablauf angeordnet. Das aus dem Durchlauferhitzer 230 austretende erhitzte Gemisch

13

ist unterhalb des Fangbodens 231 dem Abtriebsteil 222 der Kolonne zuführbar.

obere Kolonnenabschnitt 206, der sich von dem Lösungsmittelzulauf 215 bis zum Kopf der Kolonne 201 erstreckt, dient der Raffinatreinigung. Flüssiges Rücklaufraffinat wird am Kopf aufgegeben, wobei im Stoffaustausch mit dem aufsteigenden Dampf Extraktionsmittelreste aus dem Dampfstrom abgeschieden werden. Am unteren Ende dieses Kolonnenabschnittes 206 fällt ein mit Extrak-10 tionsmittel beladenes Raffinat flüssig an, welches mit dem über den Lösungsmittelzulauf 215 zugeführten Extraktionsmittel gemischt und in die Raffinatsektion 205 eingeleitet wird. Die an der Unterseite der Raffinatsektion 205 ablaufende Flüssigkeit wird zusammen mit dem 15 zu trennenden Aufgabegemisch 214 auf die oberseitig und unterseitig offene Kammer 216, welche den Abtriebsteil des Kolonnenhauptabschnittes 204 bildet, aufgegeben. Die aus dem Abtriebsteil 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 unterseitig austretende Flüssigkeit besteht im wesent-20 lichen aus Extraktionsmittel und dem mit dem Extraktionsmittel mitgeführten Extrakt, z.B. Aromaten, Olefinen, Diolefinen. Sie wird mit dem aus der zweiten Kammer 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204 unterseitig austretenden Flüssigkeit, die einen geringeren Extraktionsmittelgehalt aufweist, gemischt und nach Wärmezufuhr mittels der Einrichtung 229 in den sich unterseitig anschließenden Kolonnenabtriebsteil 222 eingeleitet. Durch Stoffaustausch mit aufsteigendem Dampf fällt ein Sumpfprodukt an, welches aus im wesentlichen reinen Extraktionsmittel be-30 steht. Der aus dem Kolonnenabtriebsteil 222 aufsteigende, mit Extrakt angereicherte Dampf tritt in einem Teilstrom

14

in die oberseitig und unterseitig offene Kammer 216 des Kolonnenhauptabschnittes 204 ein und dient hier Strippung des Raffinats. Der andere Teil durchströmt die oberseitig geschlossene Kammer 217 des Kolonnenhauptabschnittes 204, wobei im Stoffaustausch mit flüssigem Kopfprodukt 219 Extraktionsmittelreste aus dem Dampf abgetrennt werden. Ein im wesentlichen reiner Extraktdampf wird am oberen Ende der Kammer 217 mittels der Leitung 218 abgezogen und im Kondensator 220 verflüssigt. Ein Teilstrom wird über die Rückflußleitung 219 der 10 Kolonne 201 wieder aufgegeben, der andere Teil in der Produktleitung 232 abgeführt. Das am unteren Säulenende im wesentlichen in reiner Form anfallende Extraktions-Kolonnensumpf durch einen dem wird mittel zugeordneten Verdampfer 209 geführt, wobei ein Teilstrom 15 verdampft wird und als Dampf in den Kolonnenabtriebsteil 222 aufsteigt. Aus dem Kolonnensumpf 221 wird flüssiges Extraktionsmittel abgezogen, in einem Wärmetauscher 233 mit Kühlwasser auf die für die Trennaufgabe notwendige Temperatur heruntergekühlt und über den Lösungsmittel-20 zulauf 215 wieder in die Kolonne 201 eingespeist.

Bei der in Fig. 3 dargestellten Ausführung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne erfolgt die Beheizung des Durchlauferhitzers 230 im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf 221 abgezogenen Extraktionsmittelstrom. In einem nachgeschalteten Wärmetauscher 233 wird das flüssige Extraktionsmittel anschließend weiter auf die für die Trennaufgabe notwendige Temperatur heruntergekühlt und über den Lösungsmittelzulauf 215 wieder in die Kolonne 201 eingespeist.

PCT/EP99/07285 WO 00/25881

15

Für die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne ergeben sich vielfältige Einsatzmöglichkeiten. Als Aufgabeprodukt können Fraktionen des vollhydrierten Pyrolysebenzins, katalytischen Reformates oder druckraffiniertem Kokereibenzols eingesetzt werden. C4-Fraktionen von Steamcrackern oder FCC-Crackern können zur Gewinnung von Butenen eingesetzt werden. Aus und/oder Butadien C_5 -Fraktionen von Steamcrackern oder FCC-Crackern können mittels der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne Isopren und/oder Piperylen gewonnen werden. Mit Hilfe polarer Extraktionsmittel können aus Lösungsmittel als C_6 -Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokereibenzol hochreines Benzol gewonnen werden. Aus C_6/C_7 -Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokereibenzol lassen sich hochreines Benzol und Toluol mit Nitrierqualität unter Verwendung der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne gewinnen. Aus $C_6/C_7/C_8$ -Fraktionen von vollhydriertem Pyrolysebenzin, Reformat oder druckraffiniertem Kokereibenzol, sind mittels der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne hochreines Benzol, Toluol mit Nitrierqualität und C_8 -Aromaten darstellbar. Aus der C_8 -Fraktion von Rohpyrolysebenzin kann schließlich Styrol mit Polymerisationsqualität gewonnen werden. Als Extraktionsmittel zur Trennung von Kohlenwasserstoffen eignen sich 25 polare Lösungsmittel. In der Praxis bewährte Extraktionsmittel für Extraktivdestillationen, die auch beim Betrieb erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne zum kommen können, sind Sulfolan, N-Methylpyrollidon, Dimethylacetamid, Acetonitril, Dimethylsulfoxid, Dimethylformamid, Ethylenglykole sowie Mischungen der vorstehend genannten Stoffe. Als Extraktionsmittel können ferner

10

16

Morpholin bzw. N-substituierte Morpholine, ggf. auch in Mischungen mit den vorstehend genannten Extraktionsmitteln, verwendet werden. Schließlich kann den genannten Extraktionsmitteln auch Wasser zugesetzt werden.

5

15

30

Vergleichsversuche

Mit der in Fig. 1 dargestellten Anlage und der in Fig. 2 dargestellten Rektifizierkolonne wurden Vergleichsversuche durchgeführt. Die beiden Kolonnen 101, 102 der nach dem Stand der Technik gemäß Fig. 1 ausgebildeten Anlage besaßen einen Durchmesser von jeweils 72 mm und enthielten Strukturpackungen. Die Packungshöhe in der ersten, extraktiv arbeitenden Destillationskolonne 101 betrug insgesamt 5,5 m mit folgender Aufteilung der Strukturpackungen:

Kolonnenhauptabschnitt (104): 3 m Packungshöhe Raffinatsektion (105): 2 m Packungshöhe Kolonnenabschnitt (106) ober-

20 Kolonnenabschnitt (106) oberhalb der Raffinatzone: 0,5 m Packungshöhe.

Die Stripperkolonne 102 enthielt eine Strukturpackung mit einer Gesamthöhe von 3 m, wobei 1 m Packungshöhe auf den 25 Abtriebsteil 118 und 2 m Packungshöhe auf den Auftriebsteil 117 entfielen.

Die erfindungsgemäß entsprechend der Fig. 2 ausgebildete Rektifizierkolonne 201 besaß ebenfalls einen Kolonnendurchmesser von 72 mm und war mit Strukturpackungen ausgerüstet, die auf die Kolonnenabschnitte wie folgt aufgeteilt waren:

17

	Kolonnenabtriebsteil (222):	1 m Packungshöhe
	Abtriebsteil des Kolonnen- hauptabschnittes (216):	3 m Packungshöhe
5	Parallele Kammer (217) des Kolonnenhauptabschnittes:	2 m Packungshöhe
	Raffinatsektion (205):	2 m Packungshöhe
	Oberer Kolonnenabschnitt (206) zur Raffinatreinigung:	0,5 m Packungshöhe.

10

Beispiel 1:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol aus einem C_6 -Schnitt aus vollhydriertem Pyrolysebenzin. Das Auf- gabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	Summe	100,00	Gew%
	TOTAOT	70,01	
	Toluol	<0.01	Gew%
25	Methycyclohexan	0,20	Gew%
	Dimethylcyclopentane	1,34	Gew%
	C ₇ -Paraffine	3,49	Gew%
	Cyclohexan	3,93	Gew%
	Benzol	63,02	Gew%
20	Methylcyclopentan	10,15	Gew%
,	C ₆ -Paraffine	14,34	Gew%
	Cyclopentan	3,49	Gew%
	C ₅ -Paraffine	0,04	Gew%

Als selektives Lösungsmittel wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in einer Anlage (I) nach dem Stand der

18

Technik mit zwei Kolonnen und in der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Angeben sind die Stoffströme, die Heizleistung, Benzolausbeute und Produktreinheit. Bei nahezu identischen Werten für die Produktausbeute und die Produktreinheit fordert der Betrieb der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne eine um 16,3 % deutlich kleinere Heizleistung im Vergleich zu der Heizleistung der nach dem Stand der Technik ausgeführten Anlage.

Beispiel 1		I	II
Aufgabemenge	kg/h	3,49	3,50
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	12,00	12,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	1,32	1,31
Raffinatrückfluß	kg/h	0,65	0,66
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	2,17	2,19
Produktrůckfluß	kg/h	1,09	0,55
Heizleistung für die Kolonne 101	W	394	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	566	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	960	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	W		804
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäßen Kolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnenschaltung	8		16,3
Benzolausbeute	8	99,3	99,4
Benzolreinheit			
- Nichtaromaten	ppm	68	69
- Toluol	ppm	7	6
- Lösungsmittel	ppm	<1	<1

19

Beispiel 2:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol und Toluol 5 mit Nitrierqualität aus einem C_7 -Schnitt aus katalytischem Reformat. Das Aufgabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	C ₅ -Paraffine	18,70 Gew%
10	C ₅ -Olefine	0,65 Gew%
	Cyclopentan	0,39 Gew%
	C ₆ -Paraffine	2,13 Gew%
	C ₆ -Olefine	0,01 Gew%
	Methycyclopentan	0,05 Gew%
15	Benzol	8,40 Gew%
	C ₇ -Paraffine	14,75 Gew%
	C ₇ -Olefine	0,10 Gew%
	C ₇ -Naphthene	0,15 Gew%
•	C ₈ -Paraffine	0,70 Gew%
20	C ₈ -Naphthene	0,04 Gew%
	Toluol	53,27 Gew%
	C ₈ -Aromaten	0,63 Gew%
	C ₉ -Paraffine	0,03 Gew%
25	Summe	100,00 Gew%

Als selektives Lösungsmittel in der Extraktivdestillation wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende 30 Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in der Anlage (I) nach dem Stand der Technik mit zwei Kolonnen und in der

20

erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Aufgetragen sind die Stoffströme, die Heizleistung sowie die Zusammensetzung des an der Produktleitung 124 bzw. 232 abgezogenen Aromatenproduktes. Bei nahezu identischen Werten für die Benzolausbeute, die Toluolausbeute und die Zusammensetzung des Aromatenproduktes ermöglicht die erfindungsgemäße Rektifizierkolonne eine deutliche Senkung der Heizleistung um 17,9 %.

Beispiel 2		I	II
Aufgabemenge	kg/h	5,59	5,59
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	14,00	14,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	2,11	2,10
Raffinatrückfluß	kg/h	1,05	1,05
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	3,49	3,48
Produktrückfluß	kg/h	0,77	0,79
Heizleistung für die Kolonne 101	W	556	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	707	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	1263	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	W		1037
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäße Rektifizierkolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnen- schaltung	8		17,9

In einer nachgeschalteten fraktionierenden Destillation kann das Reinaromatenprodukt in Reinbenzol und Toluol mit Nitrierqualität aufgetrennt werden.

21

Beispiel 3:

Untersucht wurde die Gewinnung von Reinbenzol aus einem C_6 -Schnitt aus katalytischem Reformat. Das Aufgabegemisch hatte folgende Zusammensetzung:

	C ₅ -Paraffine	12,06	Gew%
	Cyclopentan	0,11	Gew%
10	C ₆ -Paraffine	48,74	Gew%
	Methylcyclopentan	0,91	Gew%
	Benzol	28,53	Gew%
	Cyclohexan	0,69	Gew%
	C ₇ -Paraffine	8,81	Gew%
15	Dimethylcyclopentane	0,09	Gew%
	1-Heptene	0,06	Gew%
	Toluol	20	ppm
•	Summe	100,00	Gew%

20

Als selektives Lösungsmittel in der Extraktivdestillation wurde N-Formylmorpholin verwendet. Die nachfolgende Tabelle zeigt in einer vergleichenden Darstellung die Ergebnisse der Extraktivdestillation in einer Anlage (I) nach dem Stand der Technik mit zwei Kolonnen und in der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne (II). Angegeben sind die Stoffströme, die Heizleistung, Benzolausbeute und Produktreinheit. Bei nahezu identischen Werten für die Produktausbeute und die Produktreinheit erfordert der Betrieb der erfindungsgemäßen Rektifizierkolonne eine um 29,2 % deutlich kleinere Heizleistung im Vergleich zu der

Heizleistung der nach dem Stand der Technik ausgeführten Anlage.

Beispiel 3		I	II
Aufgabemenge	kg/h	5,21	5,20
Extraktionsmittelaufgabe	kg/h	11,98	12,00
Raffinatmenge (Leitung 103, 203)	kg/h	3,73	3,73
Raffinatrückfluß	kg/h	1,86	1,85
Produktmenge (Leitung 124, 232)	kg/h	1,48	1,50
Produktrückfluß	kg/h	1,92	0,28
Heizleistung für die Kolonne 101	W	725	
Heizleistung für die Stripperkolonne 102	W	495	
Summe Heizleistung für beide Kolonnen	W	1220	
Heizleistung für die erfindungsgemäße Kolonne 201	W		864
Verringerung der Heizleistung bei Verwendung der erfindungsgemäße Rektifizierkolonne im Vergleich zur konventionellen Kolonnen- schaltung	*		29,2
Benzolausbeute	ફ	99,5	99,5
Benzolreinheit			
- Nichtaromaten	ppm	4	6
- Toluol	ppm	8	70
- Lösungsmittel	ppm	<1	<1

23

Patentansprüche:

1. Rektifizierkolonne für die Extraktivdestillation von eng- oder azeotrop siedenden Gemischen mit

5

10

einem Kolonnenhauptabschnitt (204), der zwei parallel geschaltete Kammern (216, 217) aufweist,

einer Raffinatsektion (205) oberhalb des Kolonnenhauptabschnittes,

einer Verdampfungseinrichtung (208) am unteren Säulenende mit mindestens einem Verdampfer (209),

- einer Anordnung (210) am Kopf der Kolonne mit Raffinatabzug (211), Kondensator (212) und einer Einrichtung (213) für eine Teilrückführung des im Kondensator verflüssigten Raffinats,
- einem Zulauf (214) zwischen dem Kolonnenhauptabschnitt (204) und der Raffinatsektion (205) für die Aufgabe eines zu trennenden Ausgangsgemisches und
- einem Lösungsmittelzulauf an der Oberseite der Raffinatsektion für die Aufgabe von Extraktionsmittel,

24

wobei eine Kammer (216) des Kolonnenhauptabschnittes oberseitig und unterseitig offen ist, Einbauten (207) zur Verbesserung des Stoffaustausches enthält und als Abtriebsteil mit mehreren theoretischen Trennstufen für die Abtrennung des Raffinats aus dem extraktionsmittelhaltigen Gemisch ausgelegt ist, wobei die andere Kammer (217) oberseitig gegenüber dem Innenraum der Kolonne geschlossen und unterseitig offen ist, Einbauten (207) zur Förderung des Stoffaustausches enthält und in einem Raum oberhalb der Einbauten (207) Einrichtungen (218. 10 219) für den dampfförmigen Abzug eines im wesentlichen extraktionsmittelfreien Produktes sowie für den Rückfluß eines verflüssigten Produktteilstromes aufweist, wobei der Kolonnensumpf (221) am unteren Säulenende durch 15 eine Einrichtung (223) zur Extraktionsmittelrückführung mit dem Lösungsmittelzulauf (215) verbunden ist, durch gekennzeichnet, daß zwischen dem Kolonnensumpf (221) und dem Kolonnenhauptabschnitt ein Kolonnenabtriebsteil (222) mit mehreren theoretischen Trennstufen angeordnet ist, in dem von oben 20 nach unten eine Aufkonzentrierung des Extraktionsmittels erfolgt, wobei unterhalb des Kolonnenhauptabschnittes (204) ein gasdurchlässiger Fangboden (231) angeordnet ist, dessen Flüssigkeitsablauf an einen Durchlauferhitzer (230) zur Beheizung der aus den beiden Kammern (216, 217) 25 des Kolonnenhauptabschnittes (204) ablaufenden Flüssigkeit angeschlossen ist, und wobei das aus dem Durchlauferhitzer (230) austretende erhitzte Gemisch unterhalb des Fangbodens (231) dem Abtriebsteil (222) der Kolonne zuführbar ist. 30

25

2. Rektifizierkolonne nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Beheizung des Durchlauferhitzers (230) im Wärmeaustausch mit dem aus dem Kolonnensumpf (221) abgezogenen Extraktionsmittelstrom erfolgt.

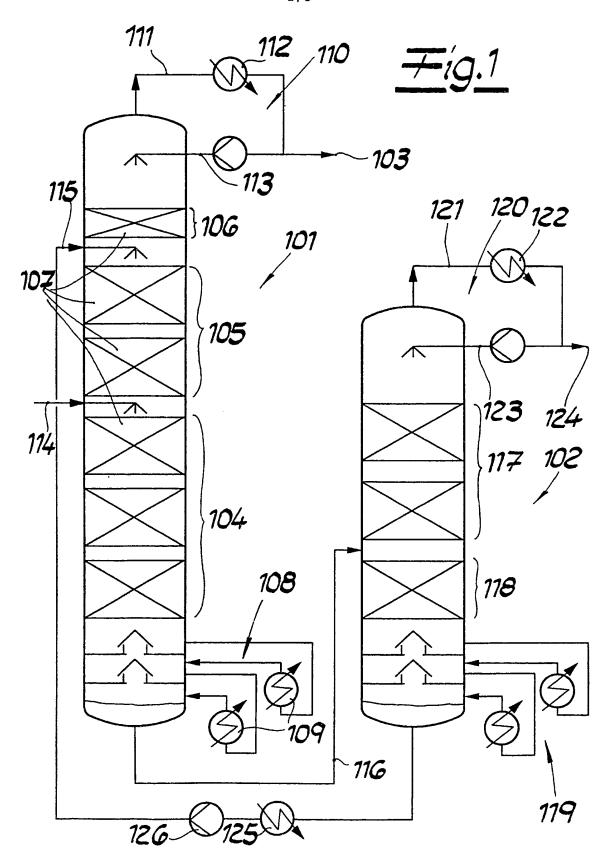
5

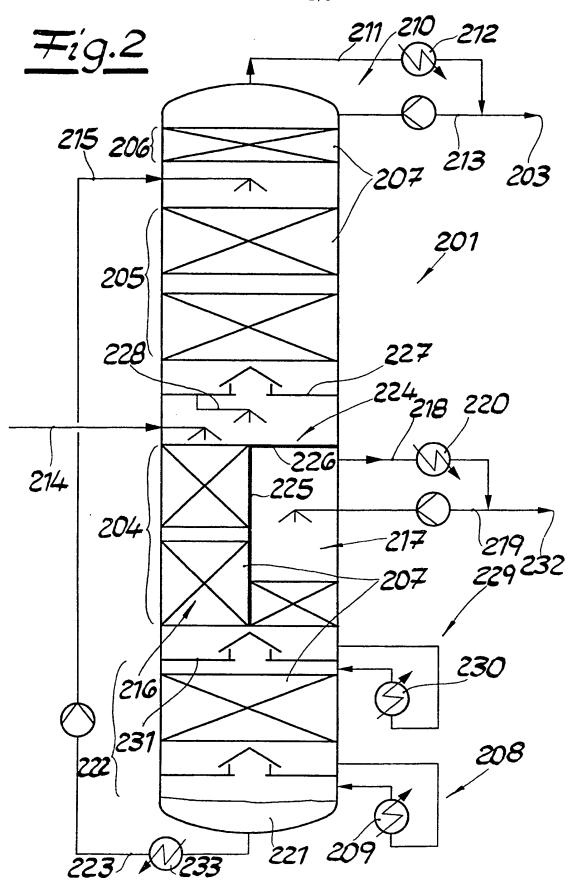
10

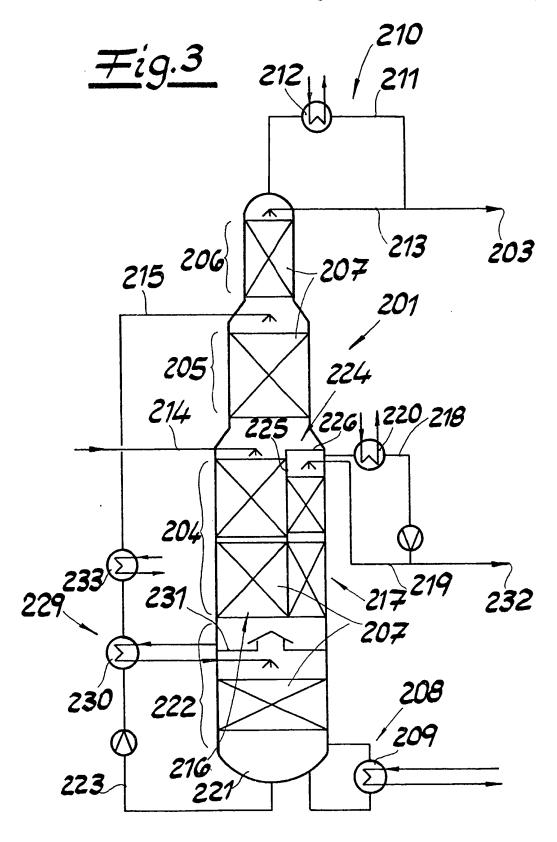
- 3. Rektifizierkolonne nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß der Kolonnenhauptabschnitt (204) als zylindrischer Kolonnenschuß ausgebildet ist, der zwischen einem die Raffinatsektion (205) bildenden Kolonnenabschnitt und dem Kolonnenabtriebsteil (222) eingebaut ist und einen Einsatz (224) enthält, der die oberseitig geschlossene Kammer (217) bildet.
- Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 3,
 dadurch gekennzeichnet, daß der Einsatz (224) aus einer an den Mantel des Kolonnenschusses angeschlossenen, in Längsrichtung der Kolonne sich erstreckenden Trennwand (225) sowie einer Abdeckung (226), die an die Trennwand (225) und einen Mantelabschnitt des Kolonnenschusses angeschlossen ist, besteht.
 - 5. Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß zwischen der Raffinatsektion (205) und dem Kolonnenhauptabschnitt (204) ein gasdurchlässiger Fangboden (227) für Flüssigkeit angeordnet ist, wobei an den Fangboden (227) ein Flüssigkeitsverteiler (228) angeschlossen ist, der die ablaufende Flüssigkeit auf die Einbauten (207) der oberseitig offenen Kammer (216) des Kolonnenhauptabschnittes (204) aufgibt.

26

6. Rektifizierkolonne nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß oberhalb der Raffinatzone (205) ein Kolonnenabschnitt (206) mit mehreren theoretischen Trennstufen zur Raffinatreinigung angeordnet ist, der sich von dem Lösungsmittelzulauf (215) bis zum Kopf der Kolonne erstreckt.







INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte onal Application No PCT/EP 99/07285

A. CLASSI IPC 7	FICATION OF SUBJECT MATTER B0103/40 B0103/36							
According to	According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC							
	SEARCHED							
Minimum do IPC 7	ocumentation searched (classification system followed by classification B010 C07C	on symbols)						
Documental	tion searched other than minimum documentation to the extent that s	uich documente are included in the field						
	Section of the state of the sta	och documents are included in the rields se	arched					
Electronic d	ata base consulted during the international search (name of data ba	se and, where practical, search terms used)						
C. DOCUM	ENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT							
Calegory	Citation of document, with indication, where appropriate, of the rel	evant passages	Relevant to claim No.					
Α	EP 0 684 060 A (BASF)		1					
	29 November 1995 (1995-11-29) claims; figures							
A	EP 0 133 510 A (BASF)		1					
'	27 February 1985 (1985-02-27)		1					
	claims; figures & DE 33 27 952 A							
	cited in the application							
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN		1					
	vol. 199, no. 803, 27 February 1998 (1998-02-27)							
	& JP 09 299701 A (KYOWA YUKA KK;	SUMITOMO						
	HEAVY IND LTD), 25 November 1997 (1997-11-25)							
	abstract							
		-/						
X Furt	her documents are listed in the continuation of box C.	χ Patent family members are listed in	in annex.					
1	ategories of cited documents :	"T" later document published after the inter- or priority date and not in conflict with	mational filing date					
consid	ent defining the general state of the art which is not dered to be of particular refevance document but published on or after the international	cited to understand the principle or the invention	ory underlying the					
filing of "L" docume	date ent which may throw doubts on priority claim(s) or	"X" document of particular relevance; the cl cannot be considered novel or cannot involve an inventive step when the doc	be considered to					
citatio	which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified) "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the							
other	ent referring to an oral disclosure, use, exhibition or means ent published prior to the international filing date but	document is combined with one or mo ments, such combination being obviou in the art.	re other such docu- is to a person skilled					
later t	han the priority date claimed actual completion of the international search	"&" document member of the same patent f						
		Date of mailing of the international sea	ren report					
	0 February 2000	21/02/2000	·					
Name and	mailing address of the ISA European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2	Authorized officer						
	NL - 2280 HV Rijswijk Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo ni. Fax: (+31-70) 340-3016 Cordero Alvarez, M							

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Inte onal Application No
PCT/EP 99/07285

Category *	ation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
	Similar of Secondary with indications with the appropriate, of the relevant passages	risievani to ciaim no.
<i>t</i>	US 5 339 648 A (M.J.LOCKETT ET AL) 23 August 1994 (1994-08-23) claims; figures	1
1	DE 195 45 915 A (LINDE AG) 12 June 1997 (1997-06-12) claims; figure 3	1
1	US 3 881 994 A (R.G.FICKEL) 6 May 1975 (1975-05-06) claims; figure	1
1	GB 1 075 208 A (PAN AMERICAN PETROLEUM CORPORATION) 12 July 1967 (1967-07-12) claims; figure 1	1
4	US 3 412 016 A (R.G.GRAVEN) 19 November 1968 (1968-11-19) claim 1; figure	1
A	US 2 366 360 A (W.L.SEMON) 2 January 1945 (1945-01-02) figures	

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

information on patent family members

Inte .onal Application No
PCT/EP 99/07285

Patent documen cited in search rep		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
EP 684060	Α	29-11-1995	DE 4418488 A AT 187350 T DE 59507363 D JP 8038802 A	30-11-1995 15-12-1999 13-01-2000 13-02-1996
EP 133510	Α	27-02-1985	DE 3327952 A CA 1222717 A JP 60075304 A	14-02-1985 09-06-1987 27-04-1985
JP 09299701	L A	25-11-1997	NONE	
US 5339648	A	23-08-1994	BR 9402432 A CA 2125893 A CN 1099472 A DE 69402274 D DE 69402274 T EP 0638778 A ES 2099510 T JP 7060003 A	14-03-1995 06-02-1995 01-03-1995 30-04-1997 04-09-1997 15-02-1995 16-05-1997 07-03-1995
DE 19545915	5 A	12-06-1997	NONE	·
US 3881994	A	06-05-1975	BR 7502197 A CA 1057222 A DE 2515282 A ES 436431 A FR 2267134 A GB 1500519 A IN 145047 A IT 1037220 B JP 50141577 A	10-02-1976 26-06-1979 16-10-1975 01-01-1977 07-11-1975 08-02-1978 19-08-1978 10-11-1979
GB 1075208	Α		NONE	
US 3412016	Α	19-11-1968	NONE	
US 2366360	A	02-01-1945	NONE	

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inter snales Aktenzeichen PCT/EP 99/07285

A. KLASSIF IPK 7	B01D3/40 B01D3/36		- : :				
:							
	ernationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klass	ifikation und der IPK					
	RCHIERTE GEBIETE ter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole	91					
IPK 7	B01D C07C	- 1					
Recherchier	te aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, sow	veit diese unter die recherchierten Gebiete	fallen				
Während de	r internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Na	me der Datenbank und eutl verwendete S	ushbogriffa				
Walliona Go	THE TRANSPORT OF THE TOTAL CONTROL OF THE TRANSPORT OF TH	and der Datermann und etti. Vernendete C	acribegiiie)				
C. ALS WE	SENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN						
Kategorie ³	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe	der in Setracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.				
}							
Α	EP 0 684 060 A (BASF)		1				
	29. November 1995 (1995-11-29)		•				
	Ansprüche; Abbildungen						
A	EP 0 133 510 A (BASF)		1				
	27. Februar 1985 (1985-02-27)						
1	Ansprüche; Abbildungen						
	& DE 33 27 952 A in der Anmeldung erwähnt						
A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN		1				
	vol. 199, no. 803,						
	27. Februar 1998 (1998–02–27)	CUMITOMO					
	& JP 09 299701 A (KYOWA YUKA KK; HEAVY IND LTD),	2011110110					
	25. November 1997 (1997-11-25)						
	Zusammenfassung						
		,					
	_	/					
<u> </u>							
entr	itera Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu nehmen	X Siehe Anhang Patentfamilie	· · · · · · · · · · · · · · · · · · ·				
1	re Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen entlichung, die den allgemeinen Stand-der Technik definiert.	"T" Spätere Veröffentlichung, die nach dem oder dem Prioritätsdatum veröffentlich	t worden ist und mit der				
aberi	nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist	Anmeldung nicht kollidiert, sondern nu Erfindung zugrundeliegenden Prinzips					
Anme		Theorie angegeben ist "X" Veröffentlichung von besonderer Bedeu					
schai	"L" Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft er- scheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer erfinderischer Tätinkeit berühend betrachtet werden.						
30110	anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden "Y" Veröffentlichung von besonderer Bedeutung; die beanspruchte Erfindung soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet						
"O" Veröffe	eführt) entlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung,	werden, wenn die Veröffentlichung mit Veröffentlichungen dieser Kategorie in	Verbindung gebracht wird und				
"P" Veröffe	Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht entlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach	diese Verbindung für einen Fachmann "&" Veröffentlichung, die Mitglied derselber	naheliegend ist				
	beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist Abschlusses der internationalen Recherche	Absendedatum des internationalen Re					
1	10. Februar 2000	21/02/2000					
Name und	Postanschrift der internationalen Recherchenbehörde Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2	Bevollmächtigter Bediensteter					
	Europaiscnes Patentamt, P.B. 5616 Patentiaan 2 NL – 2280 HV Rijswijk Tel. (+31–70) 340–2040, Tx. 31 651 epo nl,						
	Fax: (+31-70) 340-2040, 1x. 31 651 epo fil,	Cordero Alvarez,	M				

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Inte onales Aktenzeichen
PCT/FP 99/07285

WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN Ing der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht komm 5 339 648 A (M.J.LOCKETT ET AL) August 1994 (1994–08–23) Sprüche; Abbildungen ——————————————————————————————————	nenden Teile	Betr. Anspruch Nr.		
August 1994 (1994-08-23) sprüche; Abbildungen 		1		
195 45 915 A (LINDE AG)		1		
DE 195 45 915 A (LINDE AG) 12. Juni 1997 (1997-06-12) Ansprüche; Abbildung 3				
US 3 881 994 A (R.G.FICKEL) 6. Mai 1975 (1975-05-06) Ansprüche; Abbildung				
PORATION) 12. Juli 1967 (1967-07-12)		1		
November 1968 (1968-11-19)		1		
Januar 1945 (1945-01-02)		1		
	Mai 1975 (1975-05-06)	Mai 1975 (1975-05-06) sprüche; Abbildung 1 075 208 A (PAN AMERICAN PETROLEUM PORATION) 12. Juli 1967 (1967-07-12) sprüche; Abbildung 1 3 412 016 A (R.G.GRAVEN) November 1968 (1968-11-19) spruch 1; Abbildung 2 366 360 A (W.L.SEMON) Januar 1945 (1945-01-02) bildungen		

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichurgen, die zur selben Patentfamilie gehören

Inte phales Aktenzeichen
PCT/EP 99/07285

im Reche ngeführtes i	rchenberich Patentdokur	it nent	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
EP 68	4060	A	29-11-1995	DE 4418488 A AT 187350 T DE 59507363 D JP 8038802 A	30-11-1995 15-12-1999 13-01-2000 13-02-1996
EP 13	3510	A	27-02-1985	DE 3327952 A CA 1222717 A JP 60075304 A	14-02-1985 09-06-1987 27-04-1985
JP 09	299701	A	25-11-1997	KEINE	
US 53:	39648	A	23-08-1994	BR 9402432 A CA 2125893 A CN 1099472 A DE 69402274 D DE 69402274 T EP 0638778 A ES 2099510 T JP 7060003 A	14-03-1995 06-02-1995 01-03-1995 30-04-1997 04-09-1997 15-02-1995 16-05-1997 07-03-1995
DE 19	545915	Α	12-06-1997	KEINE	
US 38	81994	A	06-05-1975	BR 7502197 A CA 1057222 A DE 2515282 A ES 436431 A FR 2267134 A GB 1500519 A IN 145047 A IT 1037220 B JP 50141577 A	10-02-1976 26-06-1979 16-10-1975 01-01-10 07-11-1 08-02-1 19-08-1978 10-11-1979 14-11-1975
GB 10	75208	Α		KEINE	
US 34	12016	Α	19-11-1968	KEINE	
US 23	56360	Α	02-01-1945	KEINE	